

UNIVERSIDAD CARLOS III DE MADRID

ESCUELA POLITÉCNICA SUPERIOR

Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales e
Ingeniería Química



PROYECTO FIN DE CARRERA

Ingeniería Industrial

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

Autor: Gonzalo Navarro Vallejo

Directores: José Manuel Torralba Castelló

Mohammad Ali Jabbari

Septiembre 2011

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS
DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

Agradecimientos

Este proyecto final de carrera no se hubiera podido llevar a cabo sin la ayuda de todas las personas que me han rodeado a lo largo de mi vida y que han hecho de mí la persona que ahora soy.

Mención especial merece mi tutor, José Manuel. Gracias por todo tu tiempo y por darme la oportunidad de desarrollar esta investigación bajo tu dirección, ha sido un verdadero placer haber podido trabajar contigo y nutrirme de tu experiencia.

También quiero agradecer a mi compañero y amigo Mohammad el trabajo que ha realizado a mi lado. Gracias por estar siempre disponible y con una sonrisa a cualquier hora del día y en cualquier día de la semana, tu esfuerzo y tus ganas de ir siempre más allá me han servido como estímulo para alcanzar el final de mi carrera, incluso en los momentos más difíciles.

Debo agradecer al Instituto Madrileño de Estudios Avanzados el haberme prestado sus equipos, especialmente a Vanesa Martínez sin cuya ayuda jamás habríamos conseguido realizar los ensayos de tracción.

Un agradecimiento también a los componentes del Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales e Ingeniería Química de la Universidad Carlos III de Madrid por estar siempre disponibles para resolver mis dudas y complicaciones a lo largo de estos 12 meses de trabajo.

También muchas gracias a todos los amigos que alguna vez estuvieron a mi lado durante este tiempo, empezando por mis compañeros de la Universidad Carlos III de Madrid, mis amigos (y compañeros Rastas) del Colegio Chamberí y a la gente de Villarrobledo. Vuestra compañía y vuestra alegría son fundamentales para mi día a día y no os cambiaría por nada del mundo.

Y por último, gracias de verdad a toda mi familia, en especial a mis padres y a mis hermanas, sin ellos nunca habría logrado llegar a este punto de mi vida que escogí hace ya mucho tiempo y de la que me siento especialmente orgulloso.

Pero sin duda, a la persona a la que más debo mi agradecimiento es la que ha estado durante seis años apoyándome todos los días, gracias Cristina por todo tu apoyo, ahora empezamos una nueva etapa de nuestras vidas que, aunque será complicado, estoy seguro que será mejor que las que ya hemos vivido.

Muchas gracias a todos.

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS
DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

MOTIVACIÓN	6
OBJETIVOS	7
<u>1. ANTECEDENTES</u>	<u>9</u>
1.1. INTRODUCCIÓN A LA PULVIMETALURGIA	9
1.2. ETAPAS DEL PROCESO	9
1.2.1. Obtención del polvo metálico	9
1.2.2. Mezclado y homogeneización	11
1.2.3. Compactación	11
1.2.4. Sinterización	12
1.3. ACEROS PULVIMETALÚRGICOS DE BAJA ALEACIÓN	13
1.3.1. Aceros pulvimetalúrgicos de baja aleación al Cu, Ni y Cu-Ni	13
1.3.2. Aceros pulvimetalúrgicos de baja aleación al Cr, Mn y Cr-Mn.....	14
1.4. SINTERIZACIÓN ACTIVADA	15
<u>2. PROCESO EXPERIMENTAL</u>	<u>18</u>
2.1. MATERIALES	18
2.1.1. Polvo ASC100.29	18
2.1.2. Polvo MIM	19
2.1.3. Polvo aleado mecánicamente (AM)	20
2.1.4. Polvo de grafito.....	20
2.2. PROCESO DE OBTENCIÓN DE PROBETAS	21
2.2.1. Mezclado.....	21
2.2.2. Granulado de polvos.....	21
2.2.3. Compactación	22
2.2.4. Deslubricación	22
2.2.5. CIP (Cold Isostatic Pressing).....	23
2.2.6. Sinterización	24
2.3. ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES	24
2.3.1. Propiedades físicas	24
2.3.2. Análisis microestructural	25
2.3.3. Propiedades mecánicas	25
2.3.4. Fractografía.....	26

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS
DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

<u>3.</u>	<u>RESULTADOS</u>	<u>28</u>
3.1.	DENSIDAD	28
3.2.	DUREZA	29
3.3.	PROPIEDADES DE TRACCIÓN.....	30
3.4.	METALOGRAFÍA	31
3.4.1.	Microestructura	31
3.4.2.	Microdureza.....	33
3.5.	FRACTOGRAFÍA	34
<u>4.</u>	<u>ANÁLISIS DE RESULTADOS</u>	<u>36</u>
<u>5.</u>	<u>CONCLUSIONES</u>	<u>38</u>
<u>6.</u>	<u>LÍNEAS FUTURAS DE TRABAJO</u>	<u>39</u>
<u>7.</u>	<u>REFERENCIAS.....</u>	<u>40</u>

Motivación

En la industria pulvimetalúrgica, los aceros de baja aleación ocupan el puesto más importante de cuantos materiales se fabrican, tanto en volumen de fabricación como en número de aplicaciones [1].

Este tipo de aceros normalmente son fabricados mediante compactación uniaxial en frío de polvos metálicos en matrices cerradas, seguidos de una sinterización a 1120°C o, con el propósito de alcanzar elevadas propiedades, a 1250°C [2]. Con el objetivo de cumplir con las elevadas exigencias demandas por el sector del automóvil, los fabricantes de piezas han utilizado de forma recurrente el proceso de *doble-prensado/ doble-sinterizado* (2P2S), donde se han alcanzado densidades de 7,4 g/cm³ o superiores y en muchos casos se emplean altos contenidos en elementos de aleación [3].

El problema de este tipo de aceros deriva de la cantidad y naturaleza de sus elementos aleantes ya que estos suelen ser de alto coste, como el Mo, el Cu o el Ni y además, para alcanzar las propiedades antes mencionadas, se hacen necesarias grandes cantidades de dichos elementos, lo que resulta en un precio final de los componentes demasiado elevado.

La intención de este estudio reside en encontrar alternativas menos costosas para la obtención de altas prestaciones en estos materiales. Convencionalmente, las mejoras en este campo se pueden introducir en dos direcciones:

- Diseñando sistemas de aleación más competitivos y eficaces. Se han utilizado materiales parcialmente prealeados cuyo contenido en elementos aleantes fuera inferior a las calidades habituales en el mercado. Sirvan como ejemplo los siguientes polvos parcialmente prealeados fabricados por la empresa sueca Höganäs AB cuyo contenido en peso de elementos aleantes se muestra entre paréntesis. Distaloy AB (>3,75%), Distaloy AE (>6%), Además, se han utilizado elementos aleantes más baratos, prescindiéndose totalmente del Cu y del Ni y en gran medida del Mo, similares a las calidades Astaloy CrM (>3,5%) y Astaloy CrL (>1,7%) fabricados por la mencionada empresa.
- Accediendo a rutas de procesamiento que permitan disminuir los costes totales de fabricación de los componentes. Introduciendo un tamaño de partícula menor, se introduce directamente una mayor energía libre en el sistema, por lo que la iniciación del proceso de sinterización se ve favorecida y es de esperar que se alcancen buenas densidades a temperaturas menores, con lo que se reducen los costes energéticos y se prolonga la vida de los utensilios de fabricación.

Objetivos

El **objetivo general** del proyecto es la obtención de aceros sinterizados de baja aleación con alta densidad, capaces de cumplir con las prestaciones de las aleaciones actualmente disponibles en el mercado y que puedan suponer una reducción en los costes de fabricación, mediante la elección de elementos aleantes de menor coste y la optimización de su ciclo de producción.

Este objetivo general, puede dividirse en objetivos de menor alcance u **objetivos parciales** que se muestran a continuación:

- Obtención de cinco clases de mezclas de un tamaño de granulo en torno a los 100 μm compuestas de diferentes polvos de hierro, parcialmente prealeados o aleados mecánicamente, cuyo tamaño de partícula sea menor de 20 μm y con un material polimérico que actúe como aglomerante.
- Estudio de los efectos de la presión de compactación y la temperatura de sinterización sobre la densidad de las distintas mezclas.
- Estudio de los efectos del proceso de CIP (*Cold Isostatic Pressing*) sobre la densidad final de las piezas sinterizadas a partir de las distintas mezclas.
- Obtención de probetas de tracción a partir de las condiciones más prometedoras observadas en los estudios anteriores, con el fin de medir sus propiedades mecánicas, conocer sus mecanismos de fractura y realizar un estudio metalográfico que ayude a interpretar los resultados.

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS
DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

1. ANTECEDENTES	9
1.1. INTRODUCCIÓN A LA PULVIMETALURGIA	9
1.2. ETAPAS DEL PROCESO	9
1.2.1. Obtención del polvo metálico	9
1.2.1.1. <i>Métodos químicos</i>	10
1.2.1.2. <i>Métodos físicos</i>	10
1.2.1.3. <i>Métodos mecánicos</i>	11
1.2.2. Mezclado y homogeneización	11
1.2.3. Compactación	11
1.2.4. Sinterización	12
1.3. ACEROS PULVIMETALÚRGICOS DE BAJA ALEACIÓN	13
1.3.1. Aceros pulvimetalúrgicos de baja aleación al Cu, Ni y Cu-Ni	13
1.3.2. Aceros pulvimetalúrgicos de baja aleación al Cr, Mn y Cr-Mn	14
1.4. SINTERIZACIÓN ACTIVADA	15

1. Antecedentes

1.1. Introducción a la pulvimetalurgia

La pulvimetalurgia es una tecnología de fabricación de materiales basada en la consolidación de polvos, metálicos, cerámicos o poliméricos, en componentes de forma y propiedades prefijadas mediante la aplicación de presión y calor a temperaturas por debajo del punto de fusión del constituyente mayoritario.

Los procesos pulvimetalúrgicos han adquirido un creciente interés debido a su diversificación en aplicaciones industriales, pese a que sólo la industria automovilística consume casi el 80% de la producción de los componentes estructurales [4]. Este éxito se debe a las ventajas que esta tecnología de procesado ofrece frente a otras más convencionales como el moldeo, la extrusión o el mecanizado.

Mediante esta tecnología se consigue minimizar la necesidad de tratamientos secundarios de mecanizado por lo que es conocida como una tecnología “*near net shape*” (cercana a la forma final) [5].

En la actualidad, la gran mayoría de los componentes producidos mediante esta tecnología se encuentran sometidos a algún tipo de sollicitación mecánica durante su actividad en servicio. Por ello, para poder ajustar los criterios de diseño, es muy importante caracterizar las propiedades mecánicas en función de la geometría, perfil, densidad, etc.

La mayor limitación de esta tecnología es el tamaño de las piezas. En general es difícil superar secciones de 150 cm² y alturas de 80 mm.

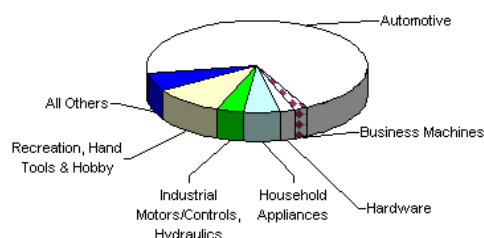


Figura 1.1 Volumen de fabricación de piezas pulvimetalúrgicas por mercado.



Figura 1.2 Componentes fabricados mediante metalurgia de polvos. De izqda. a dcha: engranajes para bomba de aceite (Zhejiang Yongfeng Powder Metallurgy Co., Ltd. China), piezas para maquinaria (Taiwan Chu Shiang Industrial Co., Ltd. Taiwan), discos de fricción para embragues (MIBA AG, Alemania).

1.2. Etapas del proceso

1.2.1. Obtención del polvo metálico

La producción de polvos metálicos, en particular de polvos de Fe, es una actividad llevada a cabo en todo el mundo, en países como Estados Unidos, Canadá, Japón, China, Alemania, Italia, India, Suecia, Bélgica, y Rusia. Es así que la capacidad mundial de producir polvos de hierro excede de forma amplia a la demanda y por

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

tanto el precio de dichos polvos ha permanecido relativamente estable en los últimos años [6]. Los principales métodos de fabricación de polvos se pueden clasificar en químicos, físicos y mecánicos. El resultado que se obtiene en los diversos procesos son polvos de un tamaño de partícula que puede variar de 1 a 1000 μm .

1.2.1.1. Métodos químicos

El principal proceso químico de obtención de polvos férreos es la reducción de óxidos. Los óxidos metálicos se calientan en atmósfera reductora obteniéndose escorias. En el caso de hierro se realiza, después de la reducción, una separación magnética y una trituración mecánica. Existen numerosas variantes que van desde fabricación por lotes u hornadas, hasta procesos continuos, con el agente reductor pudiendo ser hidrógeno o carbono. El proceso puede incluso contar con numerosas etapas de reducción incluyendo un molido entre cada etapa.

Finalmente, para evitar el endurecimiento producido se les da un recocido de nuevo en hidrógeno. De esta etapa el material sale como una torta que se debe moler para conseguir la distribución granulométrica elegida (generalmente $< 150 \mu\text{m}$). Es uno de los procesos más baratos pero la calidad final depende de la pureza de los óxidos de partida.

Entre los procesos químicos también podemos destacar la electrólisis. Usando como ánodo el metal que se quiere disolver y tras hacer pasar una corriente eléctrica por él, se obtiene sobre el cátodo un polvo muy fino. Por razones de optimización de la producción el ánodo es un depósito poroso del que se puede retirar el polvo producido de manera sencilla. Sin embargo, en el caso del Fe este proceso prácticamente ha desaparecido debido a su coste y su impacto ambiental, pero sigue siendo un proceso esencial en la fabricación de polvos de otros materiales metálicos [6].

1.2.1.2. Métodos físicos

La atomización es un proceso de producción de numerosas partículas de metal por desintegración del metal fundido en gotas cuando sobre él incide un haz de fluido a presión. La atomización de materiales fundidos es el método más importante en el momento actual de producción de polvos de metales puros y prealeados. Permite además, ajustar el tamaño, la granulometría y la forma del polvo variando la velocidad de enfriamiento y la presión del fluido. Si el enfriamiento es lento y se evita el contacto entre gotas u otra superficie sólida, las partículas solidifican como esferas. Por el contrario las gotas formadas con gran impacto del fluido, se distorsionan y son enfriadas

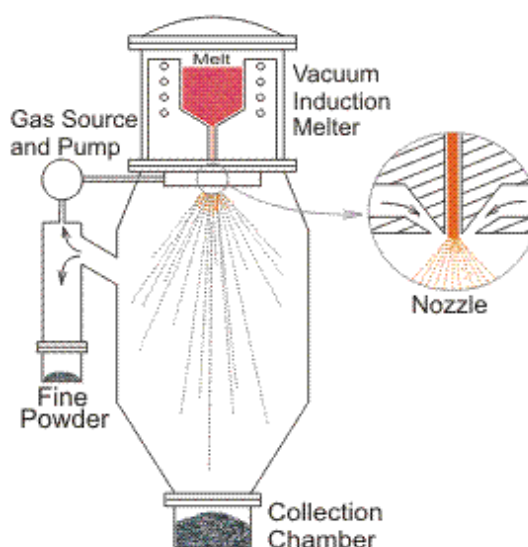


Figura 1.3 Esquema del proceso de atomización con gas.

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

rápidamente por lo que adquieren una forma irregular.

Después de la atomización, se procede a la separación magnética de las impurezas, se tamiza y se le da un recocido.

1.2.1.3. Métodos mecánicos

De entre los métodos mecánicos, la aleación mecánica se destaca por su importancia en la obtención de nuevos materiales. Las propiedades de una aleación obtenida por aleación mecánica pueden ser muy superiores a las obtenidas por solidificación rápida o por la pulvimetalurgia convencional.

Durante la aleación mecánica las partículas de polvo se ven sometidas a continuas deformaciones plásticas, procesos de fractura y soldadura en frío, lo que da como resultado la formación de nuevas partículas cuya composición es equivalente a la composición porcentual de la mezcla inicial. Esto permite obtener aleaciones con un amplio rango de composiciones y con propiedades químicas y físicas mejoradas en comparación con vías de producción convencionales [7].

1.2.2. Mezclado y homogeneización

El siguiente paso en el proceso pulvimetalúrgico consiste en la preparación y acondicionamiento de los polvos antes de pasar a la etapa de compactación. En esta etapa se pretende mezclar los polvos en las proporciones finales deseadas y obtener la mayor homogeneización para evitar así problemas de segregación y aglomeración que puedan aparecer debido a la distinta naturaleza, tamaño, distribución o morfología de los polvos de partida. Es en esta fase donde se han de añadir los lubricantes, aglomerantes y demás elementos que faciliten el proceso de fabricación de las piezas.

1.2.3. Compactación

En la etapa de compactación, se consolida la mezcla de polvo a través de distintos procesos hasta transformar dicho polvo en una pieza, denominada compacto en verde con las propiedades mecánicas suficientes para ser manipulada hasta su sinterización. Con la compactación se pretende obtener, en la medida de lo posible, las dimensiones finales deseadas, teniendo en cuenta las variaciones dimensionales que ocurran durante la sinterización.

Mediante la aplicación de presión las partículas de polvo se deforman elástica y plásticamente estableciendo uniones entre sí. La densidad del compacto en verde y sus propiedades mecánicas vienen determinadas en gran medida por la presión de compactación. Aunque a mayores presiones se tendrán mayores deformaciones plásticas y por tanto mayores densidades, la mayoría de los metales endurecen por deformación, por lo que se hace difícil mejorar la densificación incrementando la presión de compactación. Por lo general, los materiales blandos son más deformables por lo que es preferible

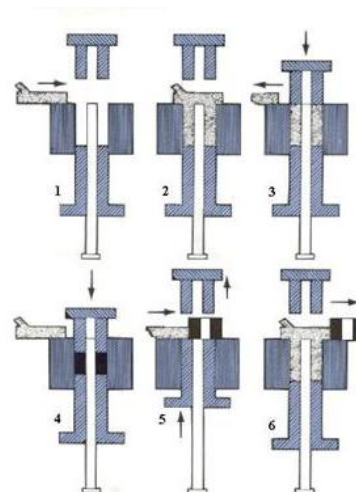


Figura 1.4 Esquema de los distintos pasos en la compactación de polvos.

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

emplear metales puros en vez de aleaciones o polvos previamente deformados procedentes de la aleación mecánica.

1.2.4. *Sinterización*

La definición que sobre el término de sinterización la norma ISO dice: 'Tratamiento térmico de un polvo o compacto a temperatura inferior de la del punto de fusión del constituyente mayoritario, con el propósito de aumentar su resistencia mediante la unión de las partículas'.

El proceso de sinterización tiene lugar principalmente en estado sólido, aunque pueden existir fases líquidas transitorias, y es controlado por el transporte de masa térmicamente activado a nivel atómico. La sinterización transforma un sistema disperso, caracterizado por una alta energía libre, en un sistema estable con una energía libre menor. Por tanto, la diferencia de energía libre es la fuerza impulsora en este proceso y dicha transición tiene lugar principalmente por la reducción de las áreas libres, ya sean uniones entre gránulos de polvos o bordes de grano, y por la eliminación de defectos.

La sinterización es el proceso más importante y, desde el punto de vista técnico, el más complejo en materia de producción de piezas sinterizadas. Como resultado de esta operación el material adquiere sus propiedades y dimensiones finales. En ciertas ocasiones la sinterización supone el proceso final de fabricación aunque generalmente suelen existir procesos adicionales, particularmente importante en este aspecto son los procesos de acabado y tratamiento térmico [8].

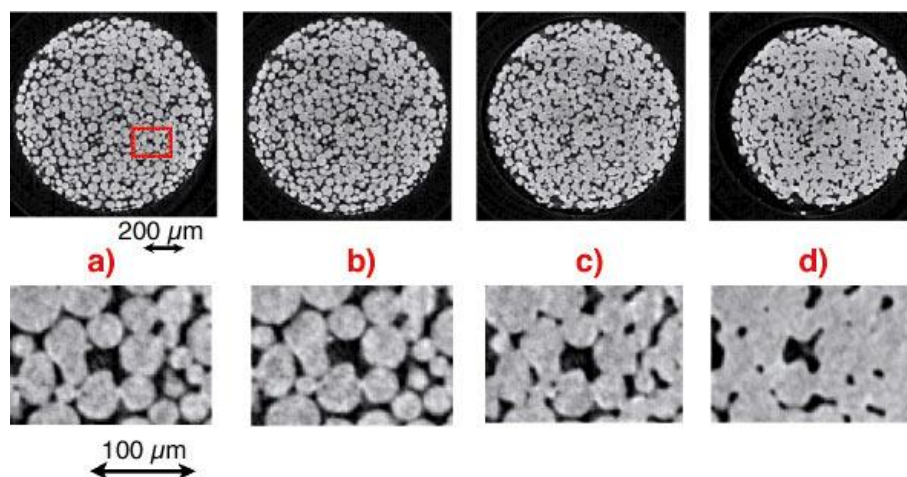


Figura 1.5 Cortes perpendiculares donde se muestra la evolución de una pieza de Cu en las diferentes etapas del proceso de sinterización: (a) antes de la sinterización, (b) después de la sinterización a 1000 °C, y (c) después de la sinterización a 1050 °C. Regiones idénticas (dentro del rectángulo de (a)) se muestran debajo con un aumento mayor.

1.3. Aceros pulvimetalúrgicos de baja aleación

A medida que se desarrolla la pulvimetalurgia, los fabricantes de piezas y los productores de polvos se enfrentan a la necesidad de producir piezas con niveles mejorados de resistencia, mayores densidades y durezas superficiales. En muchos casos, las piezas son sometidas a tratamientos térmicos como el temple (y revenido) después de la sinterización para desarrollar los niveles de rendimiento requeridos [9].

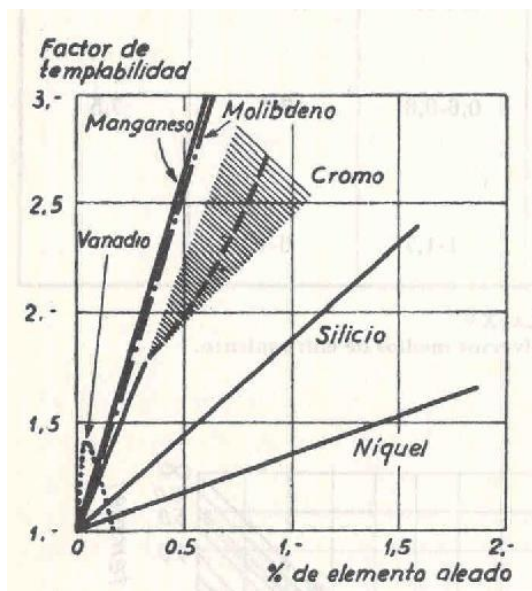


Figura 1.6 Influencia de los elementos de aleación en la templabilidad de los aceros [10].

Una forma de evitar estos tratamientos adicionales que suponen un encarecimiento del proceso consiste en utilizar pequeñas cantidades de elementos aleantes que aumenten la templabilidad del acero, como es el caso del Ni, Mo, Cu, Cr, Mn o Si [10]. La influencia de estos compuestos en la capacidad de temple de los aceros se muestra en la Figura 1.6.

Hoy en día la pulvimetalurgia se encamina cada vez más hacia sistemas multialeados. Tradicionalmente, los aceros pulvimetalúrgicos se fabricaban a partir de mezclas de polvos elementales junto a los polvos de hierro. No obstante, debido a inhomogeneidades tras la sinterización, se ha evolucionado a técnicas de adición mediante difusión local en las partículas de polvo (polvos prealeados por difusión) o añadiendo los elementos aleantes al hierro fundido durante la producción de polvos atomizados (polvos prealeados) [11–12].

1.3.1. Aceros pulvimetalúrgicos de baja aleación al Cu, Ni y Cu-Ni

En la industria pulvimetalúrgica de fabricación de piezas, las aleaciones más utilizadas para sinterizar componentes del sector del automóvil han sido tradicionalmente las de Cu, Ni y hasta cierto punto las de Mo. La razón principal de utilizar estos elementos frente a otros más baratos como el Cr, Mn, Si o V es la elevada afinidad por el oxígeno mostrada por este último grupo [13].

El cobre es el aleante principal en la industria pulvimetalúrgica debido a su efecto endurecedor (endurecimiento por solución sólida) y por la formación de una fase líquida que activa el proceso de sinterización (su punto de fusión es 1083°C) con lo que este tipo de aleaciones se caracteriza por poseer elevadas propiedades mecánicas. Como contrapunto, el cobre tiene un efecto dilatador de las dimensiones de las piezas tras la sinterización debido a la penetración de dicha fase líquida por ángulos diedros con lo que en este tipo de aleaciones no se consigue una buena precisión dimensional [14–15].

En consecuencia, se suele utilizar níquel, que produce una contracción para contrarrestar los efectos del cobre. El níquel, que también endurece por solución sólida, no tiene tanta influencia en las propiedades a tracción como el cobre debido a

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

la baja solubilidad de éste en el hierro, no obstante, su efecto positivo sobre la templabilidad del acero permite que las aleaciones de níquel puedan ser tratadas posteriormente para conseguir mejores propiedades mecánicas.

Finalmente, la presencia de molibdeno entre los elementos aleantes mejora la densificación, obteniéndose un mejor control dimensional, además de mejorar la templabilidad [7]. Tal es la importancia de este tipo de aleaciones que la compañía sueca Högånäs AB (principal fabricante de polvo de hierro a nivel mundial) tiene entre sus productos polvos predifundidos con varias composiciones de estos elementos con los que se obtienen buenas propiedades mecánicas con variaciones dimensionales próximas a cero.

Sin embargo, estas aleaciones resultan caras y la necesidad de reducir costes exigida por el mercado de la industria pulvimetalúrgica ha obligado a los fabricantes a centrar sus esfuerzos en sistemas de aleaciones que optimicen el equilibrio entre las propiedades mecánicas y coste de producción global [16]. En consecuencia, se presta especial atención a los elementos más baratos mencionados anteriormente como el Cr, el Mn y, en menor medida, el Si, que a pesar de poseer una elevada afinidad por el oxígeno pueden sinterizarse satisfactoriamente si se aplican técnicas de control sobre la atmosfera de sinterización de manera que se evita la oxidación de los elementos aleantes durante el proceso [8; 17].

1.3.2. Aceros pulvimetalúrgicos de baja aleación al Cr, Mn y Cr-Mn

El cromo es un elemento de aleación barato y efectivo que permite una buena respuesta a los tratamientos térmicos, por tanto, resulta un elemento muy atractivo para el mercado de piezas pulvimetalúrgicas [18].

La utilización de aceros pulvimetalúrgicos de baja aleación al Cr se ha hecho posible gracias a los avances en la industria del sector, en particular gracias a la capacidad de controlar el contenido en carbono durante la sinterización y a las mejoras tecnológicas que han hecho posible un mejor control de la atmosfera de sinterización.

Gracias a estos avances, las aleaciones pulvimetalúrgicas con contenido de elementos con elevada afinidad por el oxígeno resultan más viables a día de hoy. Esto incluye las aleaciones de Mn, las de Si-Mn y en particular las aleaciones de Cr.

Estos aceros pueden ser fabricados a partir de mezcla de polvos elementales, en este caso, se hace necesario un gran esfuerzo de sinterización para conseguir la homogeneización de las piezas. Otra forma es utilizar polvos prealeados que contengan los elementos aleantes. En este caso el problema consiste en obtener polvos con un bajo índice de contenido en oxígeno y carbono. En este sentido, polvos de Cr-Mn-Mo (calidades AISI 4100) han sido satisfactoriamente producidos mediante atomización en aceite y un posterior recocido al vacío [13]. Este tipo de aceros pulvimetalúrgicos, que utilizan Mn junto con Cr y Mo, forman de manera espontánea una estructura templable tras la sinterización, debido a que el Mn es un estabilizador austenítico [19–20].

Nuevamente, la empresa sueca Högånäs AB, debido al creciente interés por las aleaciones de cromo, introdujo en el mercado un polvo prealeado con un contenido de 3% Cr y 0,5% Mo designado como Astaloy CrM.

1.4. Sinterización activada

La activación de la sinterización es el proceso por el cual la cinética de la sinterización se incrementa y se disminuye la temperatura de sinterización, dando lugar a propiedades mejoradas [1]. Con esta definición algunas variantes de la sinterización con fase líquida pueden ser consideradas como sinterización activada.

En este estudio se va a tratar de mejorar la citada cinética de sinterización reduciendo el tamaño de las partículas respecto al habitualmente utilizado en la industria. Para entender este razonamiento, es necesario comprender los mecanismos que intervienen en el proceso de sinterización.

Es bien sabido que la principal fuerza motriz del proceso de sinterización es la reducción de la energía libre de Gibbs debido a la transferencia de material, haciendo así posible la disminución del tamaño de los poros [21].

En la sinterización se pueden enumerar diferentes mecanismos de transporte de masa, según R.M. German [4] existen hasta cinco de estos mecanismos:

- Difusión superficial.
- Difusión por borde de grano.
- Difusión en volumen.
- Fluencia plástica.
- Evaporación condensación.

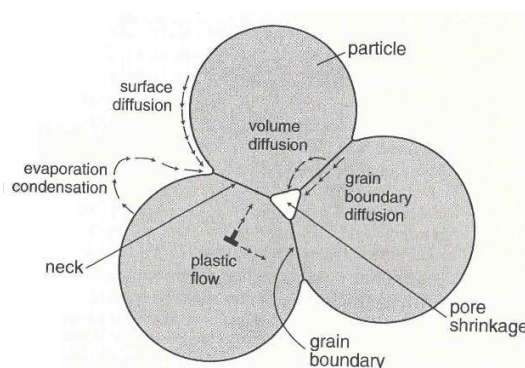


Figura 1.7 Esquema de sinterización de tres partículas mostrando los posibles mecanismos de transporte de masa [4].

Un ejemplo ilustrado de los anteriores mecanismos de transporte de masa se muestra en la Figura 1.7.

Por otro lado, las superficies tienden a ser las regiones con un desorden relativamente mayor y, por tanto, su energía de activación tiende a ser la más baja. En los bordes de grano encontramos que la energía de activación es algo mayor, siendo la energía de activación para los procesos de difusión en volumen la mayor de todas [1]. En la Figura 1.8 puede observarse el efecto de la temperatura de sinterización sobre la energía necesaria para que ocurran los distintos procesos.

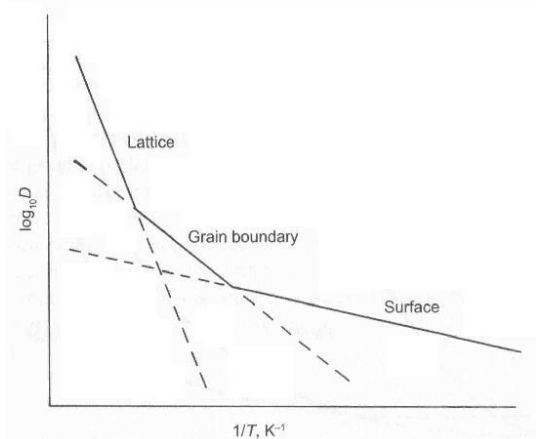


Figura 1.8 Diagrama esquemático de la dependencia con la temperatura de la difusión superficial, por borde de grano y en volumen [1].

De este modo, un tamaño pequeño de partícula favorece algunos de los mecanismos de difusión que actúan durante la sinterización como la difusión superficial y por borde de grano. Cuanta más pequeña sea la partícula, mayor será la energía por unidad de volumen y por

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

tanto mayor la fuerza motriz del proceso [21]. R.M. German en [4] llega a la conclusión de que se puede disminuir la temperatura de sinterización a costa de reducir el tamaño de partícula.

Como ejemplo de sistemas reales se muestran a continuación la Figura 1.9 y la Figura 1.10.

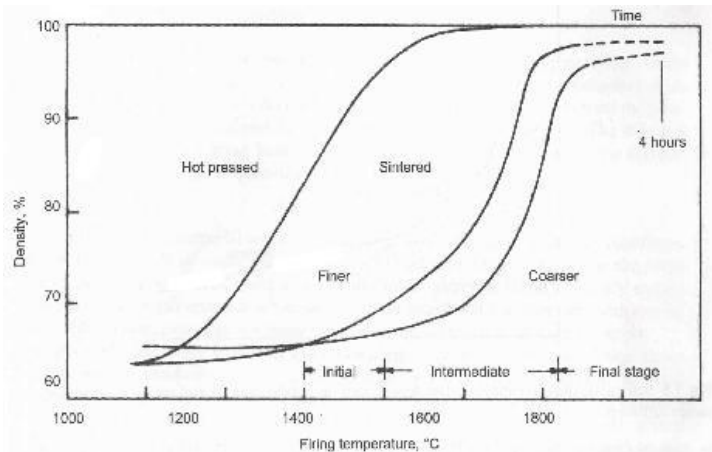


Figura 1.9 Comportamiento durante la sinterización de compactos basados en polvos de aluminio de diferentes tamaños ($1,3 \mu\text{m}$ y $0,8 \mu\text{m}$) mostrando las etapas inicial, intermedia y final [1].

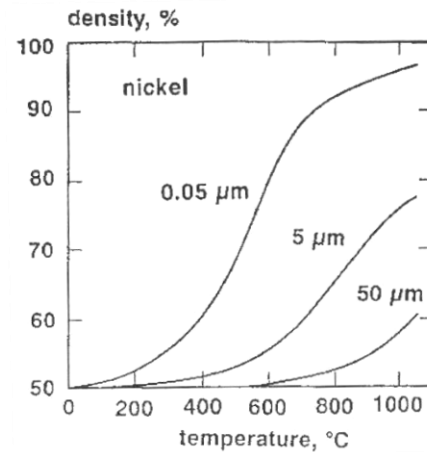


Figura 1.10 Porcentaje de densificación frente a temperatura de sinterización para polvos de Ni con distintos tamaños característicos de partícula [22].

2. PROCESO EXPERIMENTAL	18
2.1. MATERIALES	18
2.1.1. Polvo ASC100.29	18
2.1.2. Polvo MIM	19
2.1.2.1. <i>Análisis DTA-TGA</i>	20
2.1.3. Polvo aleado mecánicamente (AM)	20
2.1.4. Polvo de grafito	20
2.2. PROCESO DE OBTENCIÓN DE PROBETAS	21
2.2.1. Mezclado	21
2.2.2. Granulado de polvos	21
2.2.3. Compactación	22
2.2.4. Deslubricación	22
2.2.4.1. <i>Análisis TGA</i>	23
2.2.5. CIP (Cold Isostatic Pressing)	23
2.2.6. Sinterización	24
2.3. ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES	24
2.3.1. Propiedades físicas	24
2.3.1.1. <i>Densidad</i>	24
2.3.2. Análisis microestructural	25
2.3.2.1. <i>Metalografía</i>	25
2.3.2.2. <i>Microdureza</i>	25
2.3.3. Propiedades mecánicas	25
2.3.3.1. <i>Ensayos de dureza</i>	25
2.3.3.2. <i>Ensayos de tracción</i>	26
2.3.4. Fractografía	26

2. Proceso experimental

2.1. Materiales

Para la realización de este estudio se han utilizado distintos tipos de polvo base, que posteriormente fueron tratados y/o mezclados formando las distintas combinaciones que fueron motivo de estudio.

Todos los polvos abajo mencionados fueron sometidos a distintos procesos para conseguir que el tamaño medio de partícula no superase los 20 μm .

A continuación se describen los polvos que fueron utilizados a lo largo de todo el proceso.

2.1.1. Polvo ASC100.29

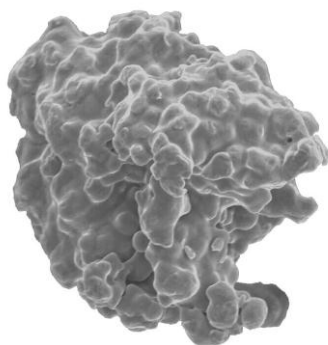


Figura 2.1 Morfología del ASC100.29 [23].

Se trata de un polvo de hierro atomizado con pureza y compresibilidad extremadamente altas que posibilita alcanzar densidades de 7,2 g/cm^3 con un solo presado y sinterizado. El ASC100.29 es particularmente adecuado como material base para aplicaciones magnéticas y para piezas estructurales que requieran de alta densidad, ya que con la mayoría de otros polvos sería necesario un doble presado y sinterizado. La alta compresibilidad y pureza hacen también ventajoso al ASC100.29 con respecto a la vida de los útiles de prensar [23].

Algunas de las propiedades de este polvo se detallan a continuación en la Tabla 2.1 así como un análisis del tamaño característico de partícula en la

Tabla 2.2.

Tabla 2.1 Densidad aparente y fluencia del ASC100.29 [23].

Densidad aparente (g/cm^3)	Fluencia (s/50g)
2,95	24

Tabla 2.2 Análisis de tamizado (%) [23].

+212 μm	0
+150 μm	8
-45 μm	23

Además, en la Tabla 2.3 se representan algunas de las características del ASC100.29 ya sinterizado.

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

Tabla 2.3 *Propiedades de distintas aleaciones de polvo AC100.29. Condiciones de fabricación: 0,8% Zn-st ó 0,6% Kenolube P11. Presión de compactación 800MPa. Sinterización: 1120°C, 30min. Cambio dimensional de verde a sinterizado [23].*

	Resistencia a la tracción (MPa)	HV ₁₀	Límite elástico (MPa)	Cambio dimensional (%)	Alargamiento (%)
ASC100.29	225	50	100	0,05	20
ASC100.29 + 0,5%C	350	125	210	-0,15	6

2.1.2. Polvo MIM

El material de partida es un acero medio carbono aleado con cromo y molibdeno de alta templabilidad y buena resistencia a la fatiga, abrasión e impacto (AISI 4140). Este acero puede ser nitrurado para darle mayor resistencia a la abrasión y es además susceptible al endurecimiento por tratamiento térmico

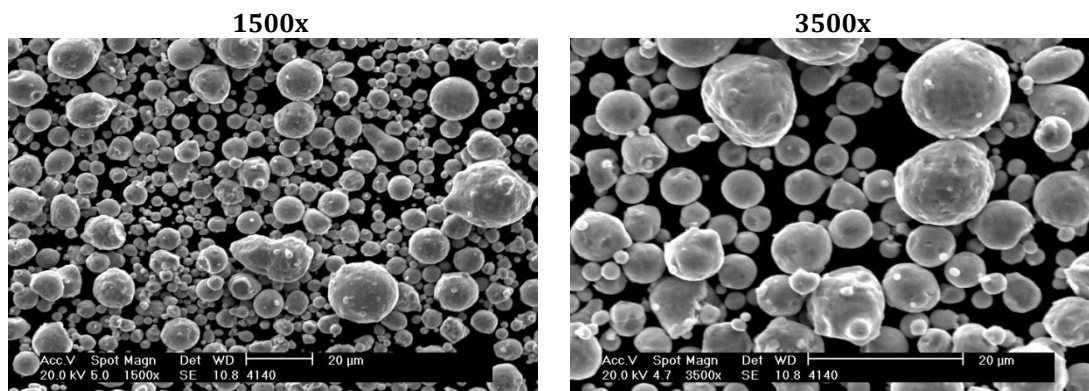


Figura 2.2 *Imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido del polvo AISI 4140 atomizado en argón [24].*

El polvo ha sido fabricado por la empresa Sandvik Osprey Ltd. mediante la atomización del AISI 4140 en argón de manera que se consiguen unas partículas de forma predominantemente esférica y de un tamaño especialmente pequeño (<22 µm), lo que lo hacen ideal para MIM (*Metal Injection Moulding*) [25].

A continuación se muestran tanto la composición del acero AISI 4140 como un desglose del tamaño de partícula una vez atomizado en argón así como algunas de las características físicas más importantes de dicho acero fabricado por vía convencional.

Tabla 2.4 *Análisis químico del AISI 4140 (%peso) [25].*

Carbono	0,38-0,43
Cromo	0,8-1,1
Molibdeno	0,15-0,25
Silicio	0,15-0,35
Manganeso	0,75-1,00
Azufre	< 0,04
Fósforo	< 0,035
Hierro	Bal.

Tabla 2.5 *Distribución típica del tamaño de partícula del AISI 4140 atomizado en aire [25].*

	D 90 (%)	D 50 (%)	D 10 (%)
80%-22 µm	27,0	11,5	4,5
90%-22 µm	22,0	10,5	4,0
90%-16 µm	16,0	9,0	3,5

2.1.2.1. Análisis DTA-TGA

Para completar la información sobre este polvo se decidió realizar un análisis DTA-TGA cuyos resultados se muestran a continuación en la Figura 2.3.

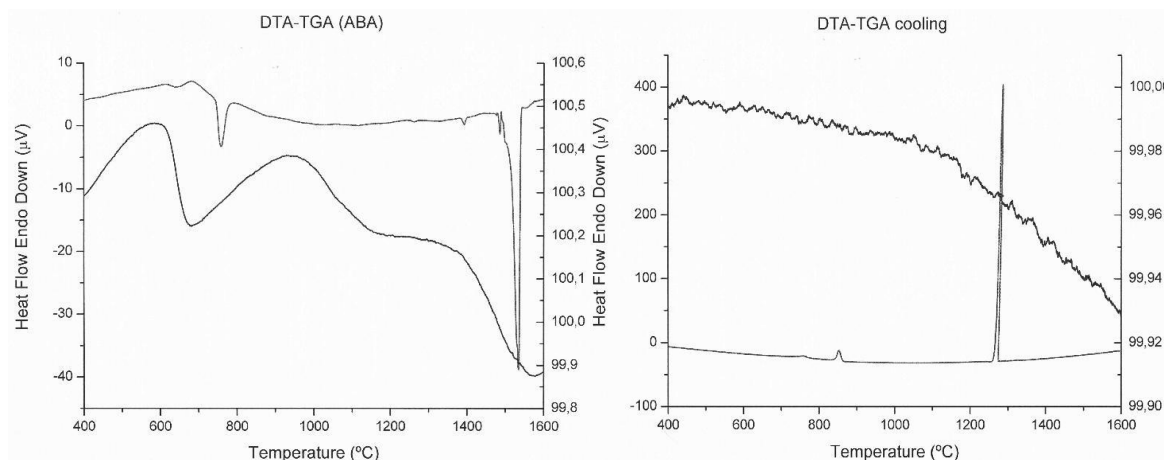


Figura 2.3 Resultados de los análisis DTA-TGA para el polvo MIM sin granular. Se muestra el calentamiento (Izq.) y el enfriamiento (Dcha.).

Al tratarse de un polvo con un porcentaje de elementos aleantes muy bajo, en el calentamiento el comportamiento general es muy parecido a una aleación Fe-C, donde se identifican los picos endotérmicos debido a la transformación de Fe- α en Fe- γ alrededor de los 750°C, a la transformación de Fe- γ en Fe- δ a unos 1375°C y finalmente la fusión del material a más de 1500°C.

En el enfriamiento sin embargo, tenemos una mejor distribución de los elementos aleantes en todo el material por lo que en el diagrama se verá reducida la zona austenítica y por tanto los picos, en este caso exotérmicos, estarán más próximos entre sí. Este efecto puede observarse en la imagen de la derecha de la Figura 2.3.

2.1.3. Polvo aleado mecánicamente (AM)

Se consiguió sometiendo al polvo de hierro ASC100.29, mencionado con anterioridad, a un proceso de molienda en un molino de alta energía, tipo atritor, horizontal a 700 r.p.m. durante 4 horas. Se utilizó un 0,7% de material polimérico como agente controlador del proceso.

2.1.4. Polvo de grafito

En todos los casos, el polvo de grafito utilizado para este estudio fue el grafito de denominación comercial UF 4 96/97 de la empresa española JLQ ISMAF S.L.

2.2. Proceso de obtención de probetas

En este punto se describe los distintos métodos y etapas en la fabricación de las probetas que se han seguido para la realización de este estudio.

En la siguiente figura se muestra un esquema de los dos Ciclos principales.

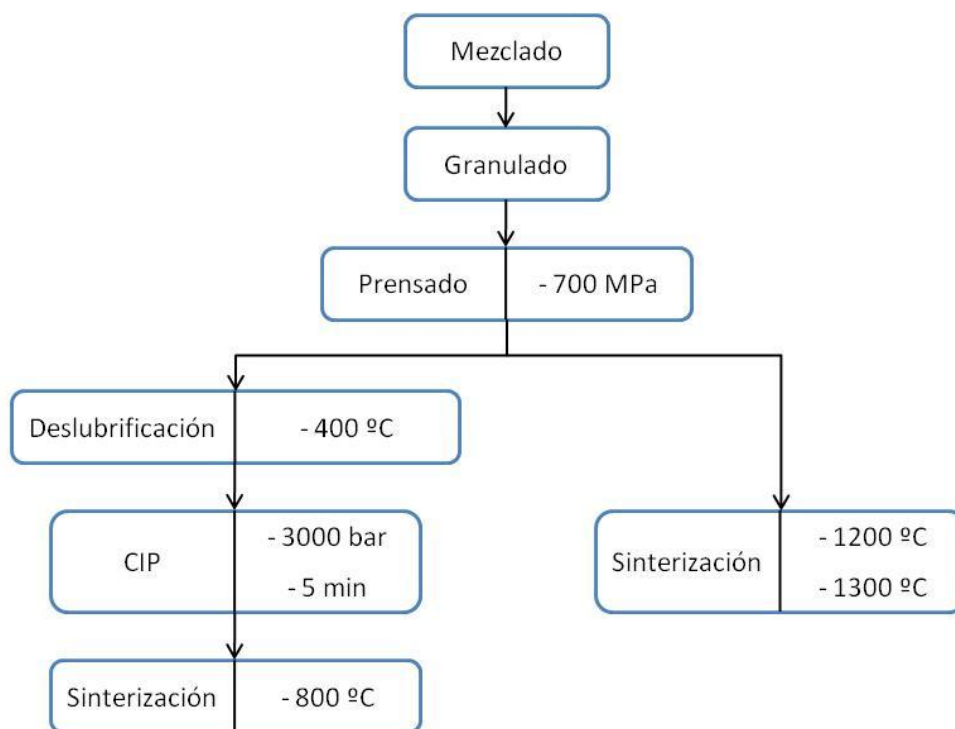


Figura 2.4 Etapas de los distintos métodos de fabricación utilizados.

2.2.1. Mezclado

Los diferentes tipos de polvo han sido mezclados en túbula durante 30 min para dar las siguientes mezclas:

Mezcla 1: ASC100.29 + 0,6% C

Mezcla 2: MIM + 0,6% C

Mezcla 3: ACS100.29 + MIM + 0,6% C

Mezcla 4: ASC100.29 + AM + 0,6% C

Mezcla 5: AM + 0,6% C

2.2.2. Granulado de polvos

Como en la mayoría de las mezclas (excepto la Mezcla 1) participan polvos de tamaños muy inferiores a los apropiados para compactación uniaxial, se hizo necesaria la etapa de granulado para poder dotar a las mezclas resultantes de una cierta fluidez y así hacerlas factibles para su utilización en procesos automatizados en la industria y para mejorar su compresibilidad. Este proceso es típico en cerámicas, metal duro o materiales para herramientas de diamante.

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

Para conseguir este aumento en el tamaño de grano se introduce la mezcla de los distintos compuestos y una cierta cantidad de polímero termoestable en fase líquida en una mezcladora durante un tiempo. Tras este proceso se forma una pasta más o menos compacta, que tras un secado, se hace pasar por una serie de tamices cada vez más finos hasta alcanzar el tamaño de partícula deseado, en nuestro caso 100 μm . Al tratarse de un proceso bajo patente, no es posible dar información más precisa acerca de esta fase del proceso. Los granulados desarrollados para este proyecto fueron realizados en la empresa Abrasivos Grinding S.A.

Al final de esta etapa se obtiene una mezcla de polvos formada por gránulos de un tamaño de 0,1 mm que a su vez está compuesta por pequeñas partículas de material metálico o grafito unidas mediante un material polimérico.

2.2.3. Compactación

El equipo utilizado para compactar las probetas fue una prensa hidráulica, mediante la cual se realizó una compactación en frío uniaxial de simple efecto.

En un primer momento se planteó como uno de los objetivos del proyecto, la posibilidad de estudiar las variaciones de densidad con la presión de compactación, con lo que se fabricaron probetas de dilatometría a presiones de compactación de 200 MPa, 400 MPa y 600 MPa.

Finalmente, tras comprobar los resultados, se decidió realizar la compactación de las piezas de la manera anteriormente mencionada a una presión de 700 MPa.

Es en esta etapa donde se decide eliminar del estudio las Mezclas 4 y 5 debido a su elevado volumen, a igualdad de masa, en comparación con el resto de Mezclas.

2.2.4. Deslubrificación

Esta etapa del proceso consiste en someter a las probetas a un calentamiento por debajo del punto de inicio de la sinterización pero por encima del punto de evaporación del lubricante, de manera que éste se elimina. En este caso se eligió la temperatura de 400°C y un tiempo de 30 min ya que es la que se deducía como la más razonable de los análisis termogravimétricos realizados sobre las Mezclas 2 y 3 que se explican a continuación.

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

2.2.4.1. Análisis TGA

Se realizaron análisis TGA sobre las Mezclas 2 y 3 para determinar su comportamiento a bajas temperaturas y así poder identificar la temperatura de evaporación del “binder”. Los resultados se muestran en la Figura 2.5.

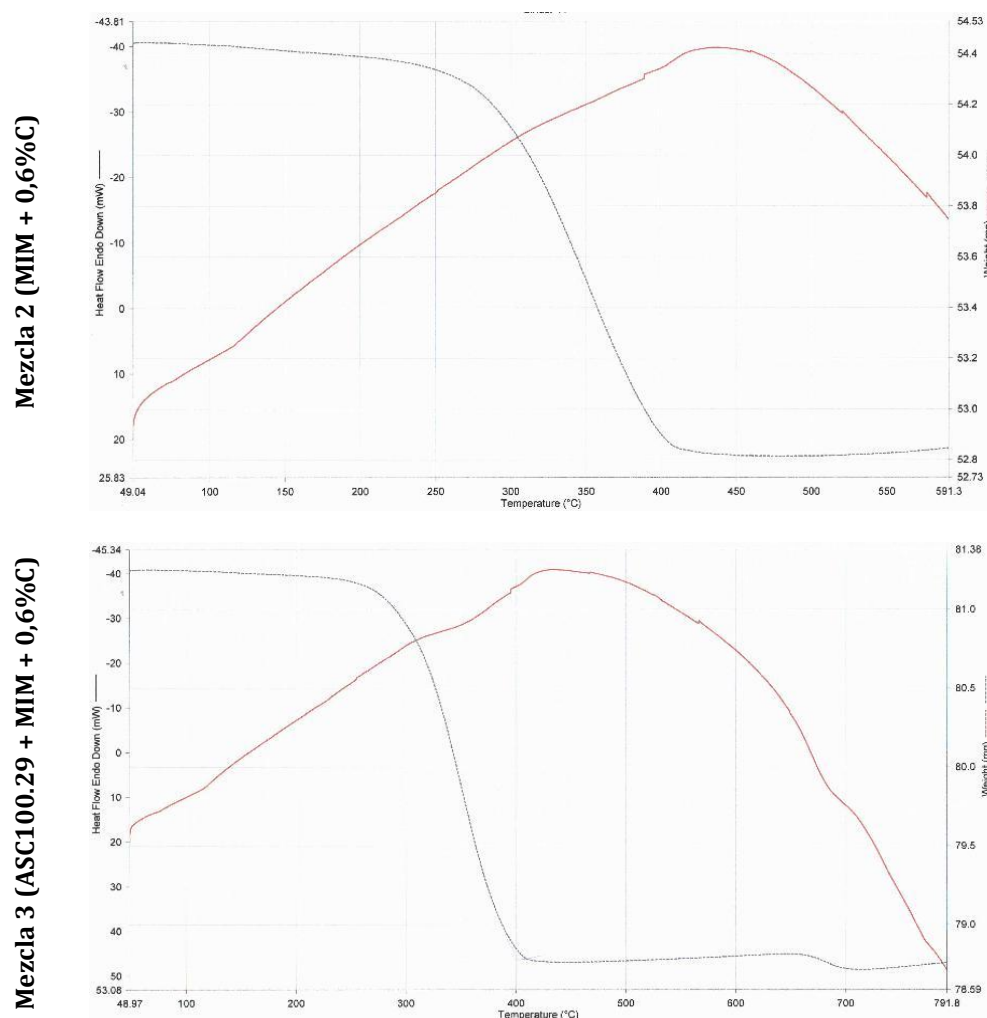


Figura 2.5 Arriba: TGA para la Mezcla 2. Abajo: TGA para la Mezcla 3.

Los resultados concluyen que a una temperatura de 400°C el “binder” se ha evaporado completamente en ambos casos.

2.2.5. CIP (Cold Isostatic Pressing)

Tras la etapa de deslustrificación se realizó un proceso de Presión Isostática en Frío para eliminar el exceso de porosidad debido a la ausencia del material lubricante.

Se empleó el equipo del laboratorio del Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Química de la Universidad Carlos III de Madrid. Las condiciones del proceso fueron: presión de 3000 bar y tiempo de 5 min.

2.2.6. Sinterización

Uno de los objetivos iniciales del proyecto consistía en estudiar los efectos de la temperatura de sinterización sobre la densidad de las probetas. Por este motivo, se han llevado a cabo distintos Ciclos de sinterización.

El Ciclo A se realizó sobre probetas que habían sido previamente sometidas a la etapa de deslubricación, la temperatura de sinterización se fijó en 800°C y el tiempo en 30 min. Tanto el ratio de calentamiento como el ratio de enfriamiento se fijaron en 5 °C/min.

Por el contrario, el Ciclo B se realizó sobre probetas que sólo habían sido prensadas, alcanzando temperaturas de sinterización de 1200°C y 1300°C durante un periodo de 30 min. El ratio de calentamiento fue de 3 °C/min hasta alcanzar los 400°C, algo menor de lo utilizado en el anterior Ciclo debido a problemas de burbujeo observados cuyo origen se debía a una excesiva rapidez en la eliminación del lubricante. A partir de los 400°C, y tras una etapa de deslubricación de 30 min, tanto el ratio de calentamiento como el ratio de enfriamiento fueron de 5 °C/min.

En todos los casos se realizó el proceso en una atmosfera controlada de características reductoras y de composición: 90N₂–10H₂–0,1CH₄.

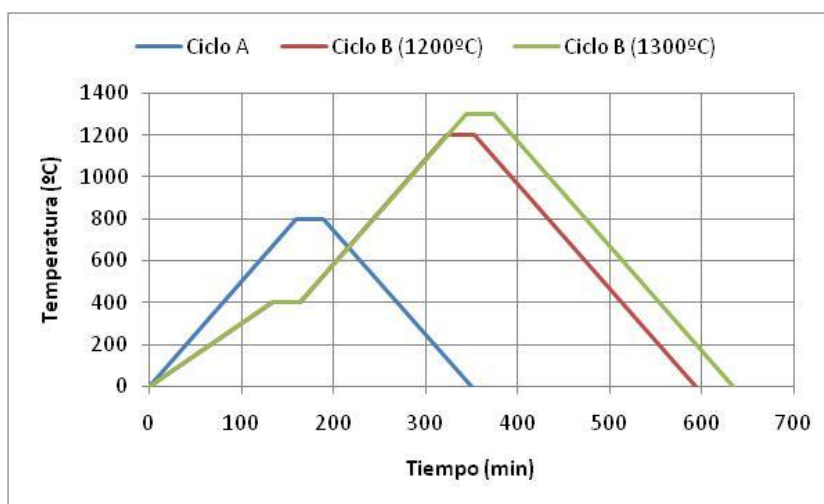


Figura 2.6 Ciclos de sinterización seguidos en el laboratorio de la UC3M.

2.3. Estudio de las propiedades

2.3.1. Propiedades físicas

2.3.1.1. Densidad

La densidad es una de las propiedades más importantes cuando nos referimos a materiales fabricados mediante pulvimetalurgia ya que es la principal diferencia entre estos materiales y otros con la misma composición fabricados por métodos convencionales. También hay que tener en cuenta que la densidad tiene una gran influencia en el resto de propiedades.

Para obtener la densidad de las distintas muestras se ha procedido según la norma MPIF 42 [26]. En esta norma se describe como obtener la densidad de la

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

muestra de forma precisa determinando el peso de las muestras mediante una balanza y el volumen mediante el consiguiente desplazamiento de agua.

$$\rho = \frac{A\rho_w}{B - C}$$

Siendo A el peso en aire de la muestra; B el peso en aire de la muestra impregnada; C el peso en agua de la muestra impregnada y ρ_w la densidad del agua.

2.3.2. Análisis microestructural

2.3.2.1. Metalografía

Con el fin de analizar la microestructura de las diferentes piezas, se ha realizado una preparación convencional de las probetas metalográficas (desbastado y pulido) y posteriormente se atacó la superficie de las piezas mediante Nital y, en un segundo ensayo, mediante una mezcla al 50% en volumen de Nital + Picral, con el fin de poder observar de la forma más clara posible las distintas fases de las que se componían las probetas.

Las probetas han sido examinadas con Microscopio Óptico y con Microscopio Electrónico de Barrido.

2.3.2.2. Microdureza

Para este estudio resultaba fundamental la medida de la microdureza de las probetas con el fin de facilitar la identificación de las distintas fases que componían la microestructura.

El equipo empleado, un microdurómetro perteneciente al laboratorio del Instituto IMDEA Materiales, permite variar las cargas aplicadas desde 0,098N ($HV_{0,01}$) hasta 9,8N (HV_{10}). En nuestro caso se realizaron numerosas medidas sobre cada una de las posibles fases identificadas utilizando una escala $HV_{0,2}$ en todas ellas.

2.3.3. Propiedades mecánicas

2.3.3.1. Ensayos de dureza

La dureza representa la resistencia de un material a la deformación de su superficie causada por el efecto de un cuerpo geoméricamente definido. Existen problemas para la determinación de la dureza en los materiales sinterizados, por eso, nos referiremos siempre a la dureza aparente la cual incluye porosidades [8].

Para determinar la dureza aparente de los materiales se empleó un durómetro de escala Vickers. Se utilizó el procedimiento establecido por la norma MPIF 43 [27] realizándose 10 medidas sobre cada probeta y se sustrajeron las dos más bajas. La escala utilizada para cada probeta se obtuvo mediante una determinación previa de la dureza HV_5 según la Tabla 2.6.

Tabla 2.6 Correspondencia de escala según la dureza HV_5 medida.

Valores de dureza (HV_5)	Escala utilizada para medir dureza
<200	HV_{10}
>200	HV_{30}

2.3.3.2. Ensayos de tracción

Para la obtención de las probetas de tracción y la realización de dichos ensayos se ha procedido según las normas de la ASTM, concretamente según el estándar E 8M – 04 [28], donde se especifican desde las dimensiones y geometrías que han de cumplir las piezas sinterizadas para someterse a ensayos de tracción hasta las propiedades que han de tener los equipos que realizan dichos ensayos.

El equipo utilizado fue una máquina electrohidráulica con una célula de carga de 50 kN, mordazas manuales y sistema de adquisición de datos simultáneo. La velocidad de desplazamiento de las mordazas ha sido de $1 \text{ mm}/\text{min}$. Las mediciones del alargamiento de la probeta se efectuaron con un extensómetro de longitud inicial 12,5 mm. Se han tomado para cada tipo de pieza 3 probetas.

En este ensayo se pretende conocer el comportamiento dúctil-frágil del material así como obtener valores de resistencia a tracción, elongación de rotura y límite elástico a partir de la pendiente en 0,05% de alargamiento.

2.3.4. Fractografía

Con el propósito de averiguar los micromecanismos que gobiernan la fractura de las piezas ensayadas a tracción, se ha cortado la zona próxima a la fractura con una sierra de disco lubricada mediante taladrina y se han observado las superficies de fractura mediante un Microscopio Electrónico de Barrido.

Con el fin de evitar la corrosión y otros fenómenos que pudieran alterar de algún modo la superficie de fractura, se ha procurado realizar la fractografía dentro de las 24 horas posteriores al ensayo de tracción.

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS
DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

3. RESULTADOS	28
3.1. DENSIDAD	28
3.2. DUREZA	29
3.3. PROPIEDADES DE TRACCIÓN.....	30
3.4. METALOGRAFÍA	31
3.4.1. Microestructura	31
3.4.2. Microdureza.....	33
3.5. FRACTOGRAFÍA	34

3. Resultados

3.1. Densidad

En general, la densidad de sinterizado aumenta con la temperatura y especialmente con la aplicación de la compactación isostática en frío como puede verse en la Figura 3.1.

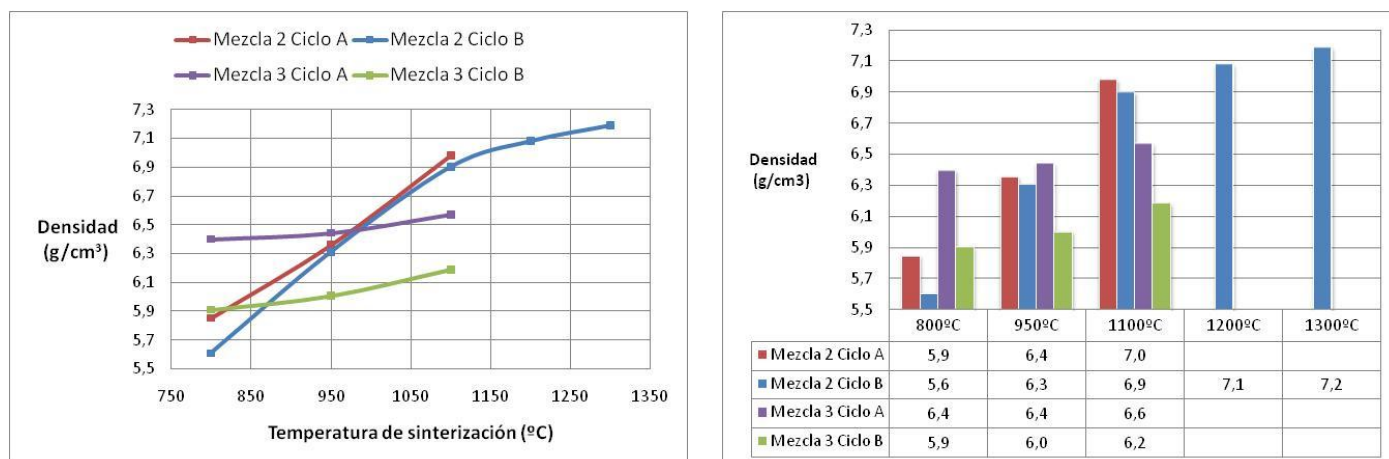


Figura 3.1 Densidades medidas de las Mezclas 2 y 3 a distintas temperaturas y utilizando los distintos Ciclos.

Resulta muy sencillo analizar los resultados en función de la Mezcla de polvos a la que nos referimos. En este sentido, en la Mezcla 2 la diferencia de densidades entre el Ciclo A y el Ciclo B es insignificante si tenemos en consideración los efectos que la temperatura de sinterización tiene sobre ésta. Por tanto, de aquí en adelante, para la Mezcla 2 se plantearon siempre estudios a elevadas temperaturas de sinterización con el fin de alcanzar unas buenas propiedades.

Para la Mezcla 3, por el contrario, la variación de la densidad respecto a la temperatura de sinterización es mucho más suave y, sin embargo, sí se aprecia un gran aumento en las densidades obtenidas mediante *Deslubricación-CIP-Sinterización*. Este resultado supuso el descarte de estudios a alta temperatura y que se plantease la posibilidad de conseguir valores aceptables de propiedades a bajas temperaturas de sinterización.

Cabe destacar que en un primer momento se descartó la Mezcla 1 debido a los análisis de densidades a distintas presiones de compactación comentados en el apartado 2.2.3, pero a la vista de los resultados obtenidos se decidió recuperar esta línea de investigación.

3.2. Dureza

La dureza aparente de las distintas probetas fabricadas se muestra en la figura Figura 3.2.

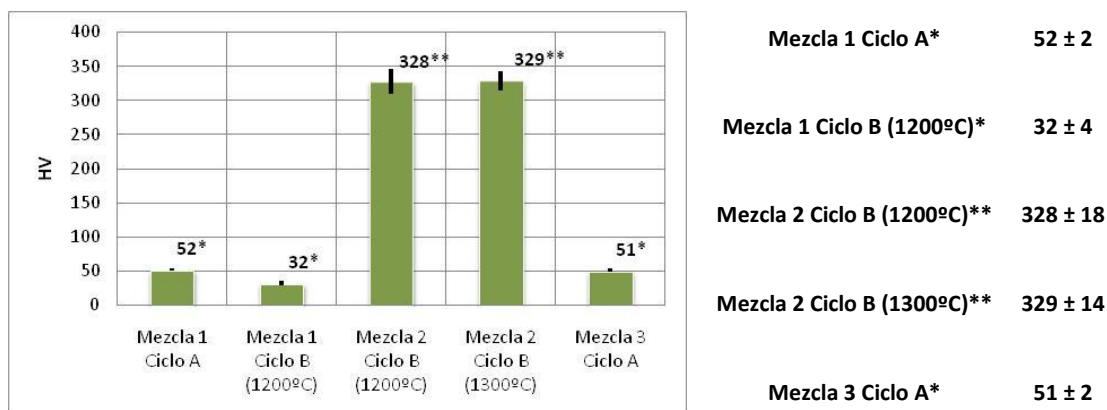


Figura 3.2 Dureza obtenida para los distintos materiales y métodos de fabricación. (*) HV_{10} ; (**) HV_{30} .

A la vista de los resultados de dureza obtenidos, se puede afirmar que tan solo la Mezcla 2 ha alcanzado una sinterización satisfactoria.

En dicha Mezcla, se aprecia que la diferencia de temperatura de sinterización apenas influye en el valor de la dureza aparente y en ambos casos se obtienen valores superiores a los de otros aceros de baja aleación, lo que hace prever la presencia de fase martensítica en la microestructura.

A la vista de los resultados obtenidos hasta el momento, se deduce que las propiedades de las Mezcla 1 y 3 no son lo suficientemente buenas en comparación con materiales similares. Por ejemplo, el mismo polvo ASC100.29 con un contenido de 0,5% C, menor que el utilizado en el estudio, compactado a 600 MPa y sinterizado a 1120°C alcanza una densidad de 7,1 g/cm³ y una dureza HV_{10} de 120 según Höganäs en [23]. En este punto se decidió eliminar las Mezclas 1 y 3 del estudio ya que sus posibilidades de ser interesantes para la industria pulvimetalúrgica eran muy bajas.

3.3. Propiedades de tracción

En la Figura 3.3 se muestra una curva de tensión deformación típica de los materiales ensayados. Solo los materiales fabricados a partir de la Mezcla 2 y sometidos al Ciclo B con temperaturas de sinterización de 1200°C y 1300°C fueron sometidos al estudio de sus propiedades a tracción.

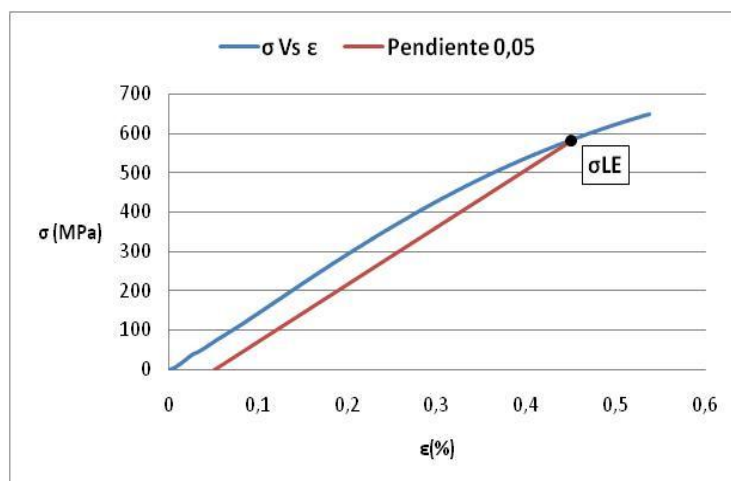


Figura 3.3 Curva característica de tensión-deformación y límite elástico hallado a partir de 0,05%.

A la vista de la curva de tensión-deformación se deduce que se trata de materiales cuyo comportamiento es muy frágil. Este comportamiento se es similar a los de otros aceros pulvimetalúrgicos de baja aleación donde se ha conseguido templar el material.

En la Figura 3.4 se muestran los valores numéricos de las propiedades obtenidas tras los ensayos. Se observa que al aumentar la temperatura de sinterización el material se ha vuelto ligeramente más frágil, ya que tanto la resistencia a tracción como el límite elástico aumentan mientras que la deformación a rotura disminuye. Esto se debe a que la difusión de los elementos aleantes ha sido mejor y por tanto la templabilidad general del acero se ha visto aumentada con lo que se espera una microestructura ligeramente más martensítica.

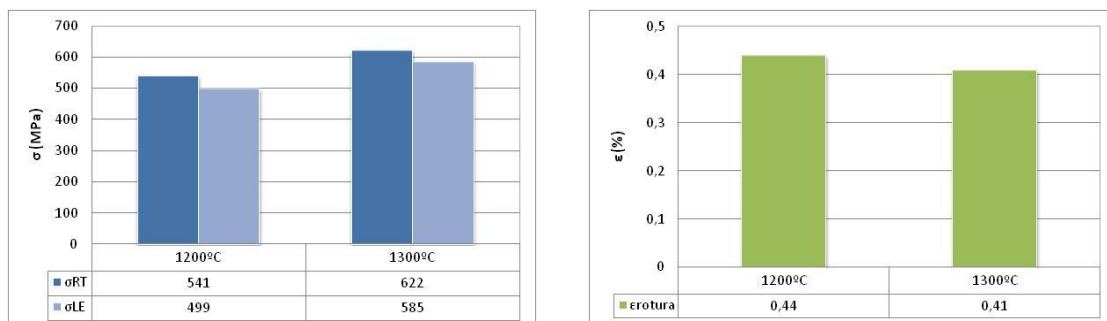


Figura 3.4 Comparación de la resistencia a tracción, límite elástico y alargamiento a rotura de los materiales sinterizados a 1200°C y 1300°C pertenecientes a la Mezcla 2.

3.4. Metalografía

3.4.1. *Microestructura*

La microestructura de las probetas pertenecientes a la Mezcla 2 y sometidas al Ciclo B de sinterización con temperaturas de 1200°C y 1300°C se muestra en la Figura 3.5.

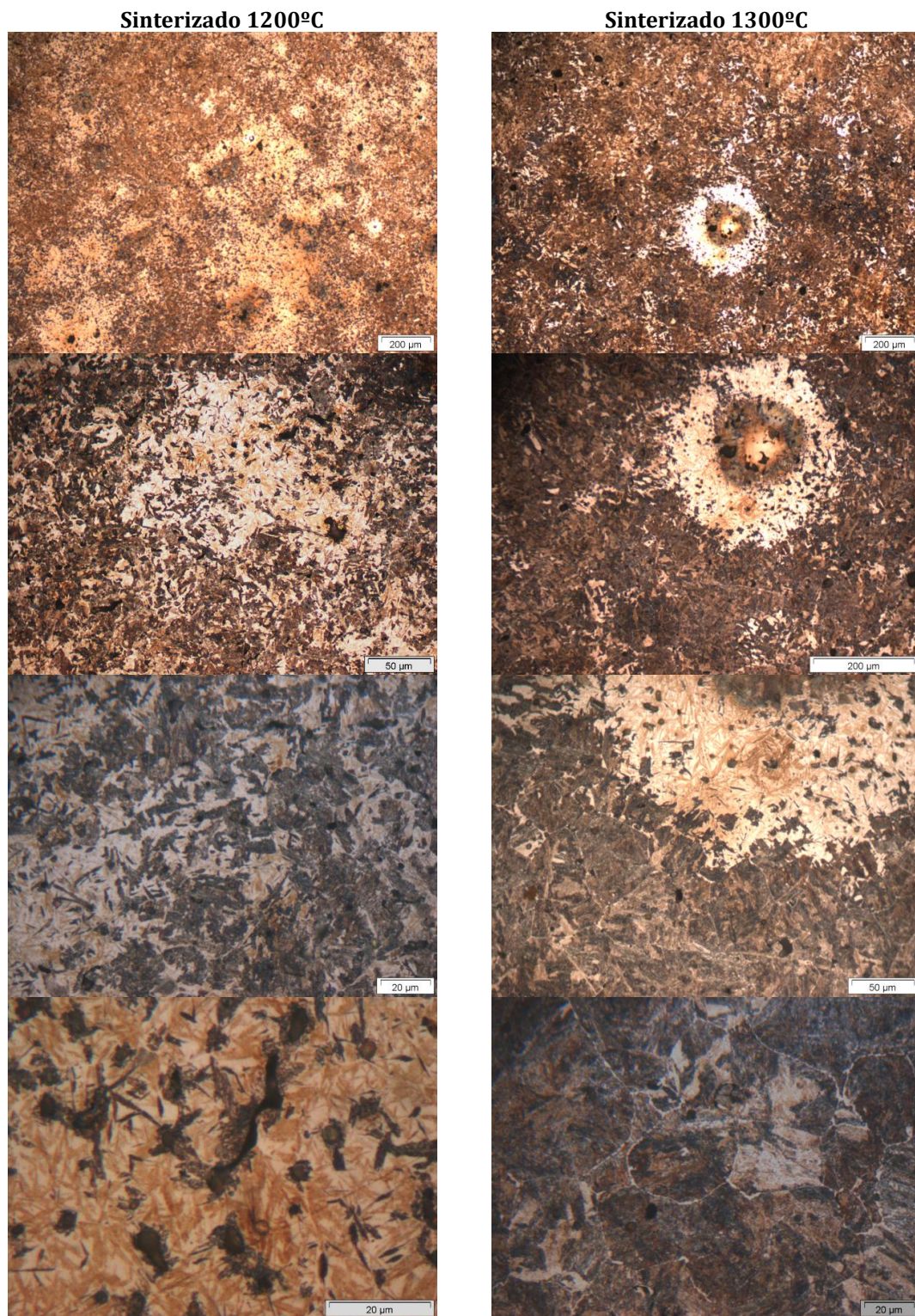


Figura 3.5 Microestructura de las probetas de MIM + 0,6% C. (Ataque Nital)
(De arriba a abajo de menor a mayor aumento).

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

En ambos casos se aprecian tres fases diferenciadas, una fase más oscura que a simple vista puede identificarse como perlita fina o bainita superior, una fase más clara de distintas tonalidades en función del tipo de ataque que se identifica como martensita. En algunas ocasiones, la martensita aparece rodeando poros de tamaño relativamente grande, como se aprecia en la Figura 3.6 que tienen una morfología típica de porosidad secundaria vinculada a sinterización con fase líquida transitoria. Este tipo de porosidad secundaria con una microestructura de alta templabilidad rodeándola, ha sido observada en aceros sinterizados modificados con Manganese, y

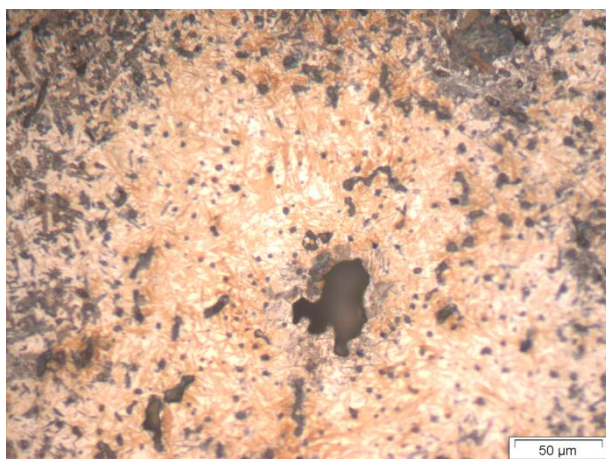


Figura 3.6 Detalle de la microestructura donde se aprecia una estructura martensítica rodeando un poro de gran tamaño.

la fase líquida se vincula con la presencia de dicho elemento [29]. Pese a que en el análisis por DTA del polvo no se identifica la formación de fase líquida más allá de la fusión del polvo, todo parece indicar que el polvo puede haber pequeñas concentraciones segregadas de elementos de aleación que inducen dicha fase líquida transitoria durante la sinterización. Ello permite en las zonas circundantes una mayor concentración de elementos de aleación y por tanto una mayor templabilidad local que permite la formación de martensita. También se

aprecia una fase intermedia, de un color próximo al marrón que a la vista de los resultados de microdureza se trate muy probablemente de bainita inferior.

En la imagen de mayor aumento en las probetas sinterizadas a 1300°C se puede apreciar algo de ferrita marcando los bordes de grano de la antigua austenita.

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

3.4.2. *Microdureza*

El análisis de la microdureza se realizó para identificar de una forma más precisa las fases identificadas durante el estudio de la microestructura.

En la Figura 3.7 se muestran las distintas fases observadas y un rango de valores para la microdureza de cada una de las fases de los distintos materiales ensayados. La diferencia entre los valores, como ya se observó en el Apartado 3.2, es muy pequeña, siendo en cualquier caso algo superior para las probetas sinterizadas a 1300°C.

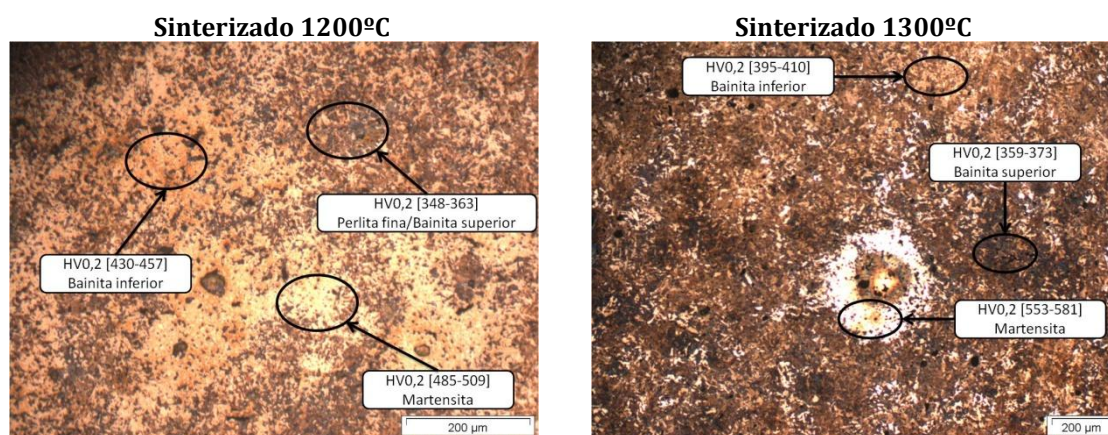


Figura 3.7 Microdureza obtenida para las distintas áreas identificadas con un intervalo de confianza del 90%. Se identifican también las distintas microestructuras según la bibliografía [10].

3.5. Fractografía

A pesar de que en todos los casos el material ha exhibido una macrofractura frágil, es ampliamente conocido que, especialmente en aceros sinterizados, los micromecanismos de fractura que operan no son necesariamente equivalentes a los macromecanismos [4].

En la Figura 3.8 se muestran detalles de las distintas zonas de fractura identificadas, prestando especial atención a las diferencias debidas a las distintas temperaturas de sinterización y a la posible diferencia de mecanismos de fractura entre las zonas localizadas en el interior o en la periferia de las probetas.

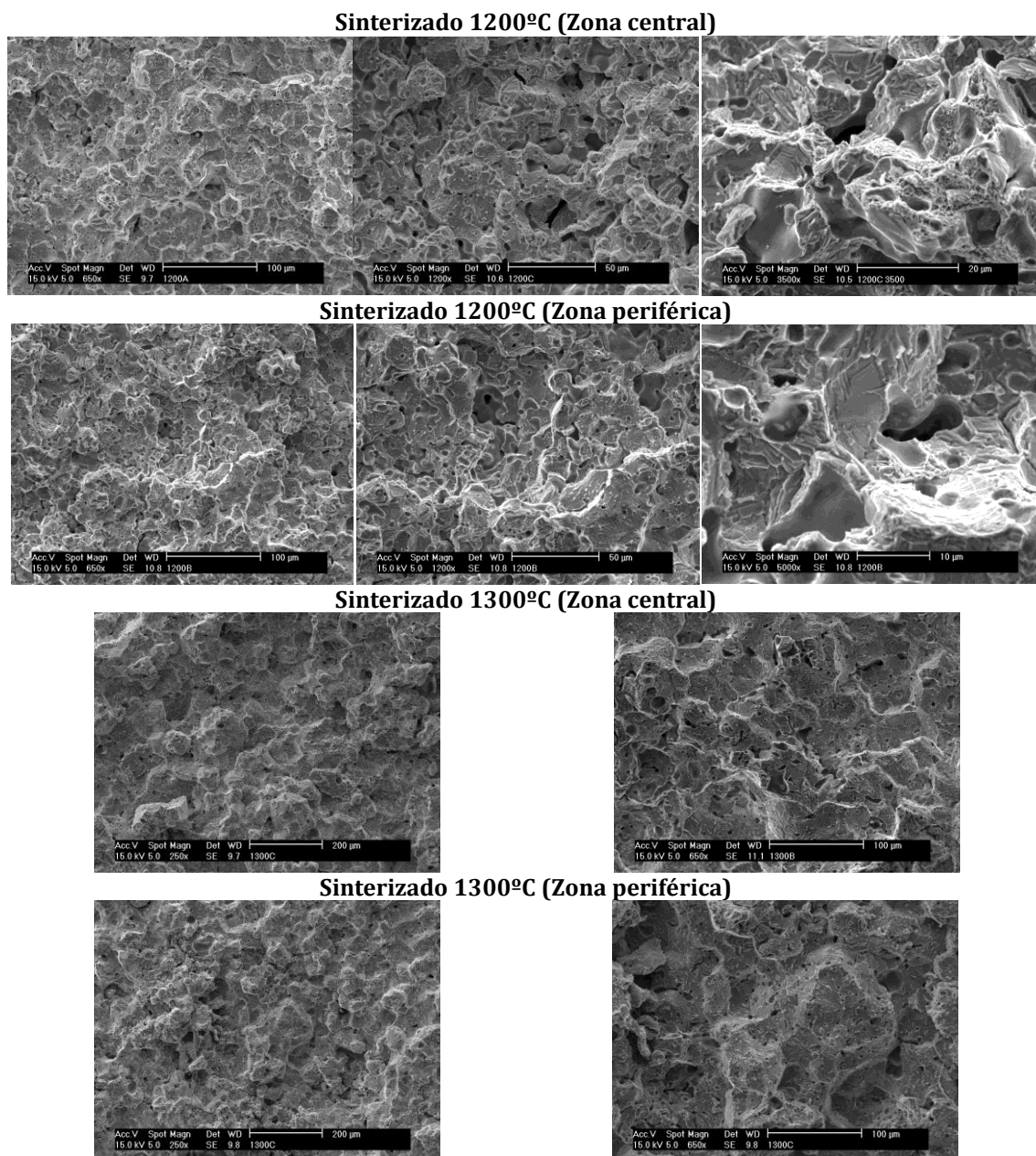


Figura 3.8 Superficie de fractura de probetas de tracción. (De izquierda a derecha de menor a mayor aumento)

En las fotografías, obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido, se observa en general una superficie de fractura limpia en la que se aprecian extensas

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

áreas de sección donde se ha transferido carga durante el ensayo, lo que implica una buena sinterización. El mecanismo que gobierna la microfractura es la decohesión (*clivaje*) de tipo transgranular y en algún caso intergranular. A través de la fractura se aprecia que se formaron cuellos de sinterización robustos capaces de transmitir las sollicitaciones externas y permitiendo áreas resistentes efectivas grandes, aunque con pequeñas deformaciones. Este comportamiento es más significativo en las probetas sinterizadas a 1300°C, y en cualquiera de los casos se puede hablar de micromecanismos de fractura frágil.

La excepción la encontramos en la zona periférica de las probetas sinterizadas a 1200°C donde se aprecia una mayor tonalidad blanca. Esto es provocado por la deformación plástica de los cuellos del material en cuestión. Probablemente se trate de una zona más dúctil debido a la decarburación del material que se puso de manifiesto en el análisis microestructural.

4. Análisis de resultados

En este capítulo se procede al análisis de los resultados expuestos en el apartado anterior, tratando de dar coherencia a los resultados obtenidos y buscando relaciones de causa y efecto entre las distintas propiedades obtenidas durante los ensayos y correlación entre las propiedades y la microestructura.

Como se ha visto, únicamente los materiales de la Mezcla 2 sinterizados a alta temperatura han sido capaces de dar probetas prometedoras para estudios futuros. Esto se debe a que esta mezcla es, con diferencia, la que contiene un mayor porcentaje de elementos aleantes, lo que ha sido determinante a la hora de lograr una mayor templabilidad, aunque también, se sospecha de la presencia de una fase líquida, probablemente a causa del contenido en manganeso del polvo MIM que podría considerarse un factor beneficioso para la densificación [1]. Es por este motivo que los valores de densidad de la Mezcla 2 siempre fueron los más altos, seguidos de los de la Mezcla 3 que, aunque en menor medida, también contenía polvo MIM.

En cuanto a las propiedades obtenidas, ya se ha comentado que los elementos aleantes han tenido un efecto fundamental en la mejora de la templabilidad del material, especialmente en las zonas donde ha existido la fase líquida propiciada por microsegregaciones en el polvo. Estas microsegregaciones pueden atribuirse a la presencia de Manganeso en la composición del acero [29]. Por tanto, no es de extrañar que en la microestructura se identificasen fases de gran dureza como la martensita o la bainita, pese a que el enfriamiento fue bastante lento. En los aceros sinterizados, altas concentraciones locales de elementos de aleación provocan zonas de alta micro-templabilidad con capacidad de temple a velocidades de enfriamiento muy lentas. La presencia de estas fases explica a la perfección las elevadas durezas alcanzadas y el comportamiento extremadamente frágil de las probetas de tracción, aunque también han de considerarse los mecanismos de fractura.

Para poder explicar los citados mecanismos de microfractura observados, nuevamente debemos recurrir a la posible existencia de fase líquida durante la sinterización. Esta fase líquida ha permitido, junto con la alta temperatura de sinterización, conseguir una porosidad pequeña y redondeada, esto explica las elevadas propiedades mecánicas obtenidas, ya que los poros reducen la resistencia a la tracción y la ductilidad debido a que el área resistente efectiva se ve reducida cuanto mayor sea el tamaño y número de los poros, y debido a que provocan un efecto de concentración de tensiones [30–31]. En nuestro caso, son las propias partículas y no los cuellos entre éstas las que resisten la carga aplicada.

Es importante destacar que la baja influencia del proceso de compactación isostática en frío se debe nuevamente a la presencia de la fase líquida que en gran medida es capaz de rellenar los poros producidos por la evaporación del material polimérico usado para la granulación.

Por último, en comparación con otros materiales similares utilizados en estudios realizados por otros autores, la Mezcla 2, perteneciente a las aleaciones de Cr-Mn-Mo ha obtenido unas buenas propiedades. M. Campos, en [6] realizó estudios sobre diferentes aleaciones con polvo base Astaloy CrM, un polvo parecido al utilizado en el estudio, carente de Mn y donde el contenido en Cr y Mo es mucho más elevado.

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

Para aleaciones de Astaloy CrM + C compactadas en frío, sinterizadas a 1250°C y con un enfriamiento de 0,04 °C/s M. Se obtuvieron, en el mejor de los casos (0,5% C), una densidad de 7,23 g/cm³, una dureza HV₃₀ de 173, una resistencia a tracción de 624 MPa y un límite elástico de 328 MPa, propiedades que quedan la mayoría de ellas muy por debajo de las de la Mezcla 2.

De forma paralela, S. Kremel *et al.* en [13] también realizaron experimentos con el Astaloy CrM donde, en el caso más comparable a nuestro estudio, utilizaron un 0,5% de contenido en carbono, una presión de compactación en frío de 700 MPa y una temperatura de sinterización de 1250°C obteniendo una densidad de 7,15 g/cm³, una dureza HV₃₀ de 267 y una resistencia a tracción de 917 MPa y límite elástico de 810 MPa.

En la Tabla 4.1 se presentan los resultados obtenidos de forma comparativa con los autores antes mencionados.

Tabla 4.1 Comparación entre los resultados obtenidos con los de otros autores.

	Densidad (g/cm ³)	HV ₃₀	Resistencia a la tracción (MPa)	Límite elástico (MPa)
Resultados	7,20	329	622	585
M. Campos [4]	7,23	173	624	328
S Kremel, H. Danniger, Y.Yu [13]	7,15	267	917	810

5. Conclusiones

Del estudio realizado se pueden obtener las **conclusiones generales** que se muestran a continuación.

- El material de estudio definido como Mezcla 2 (ASC100.29 + AISI4140 “atomizado en argón” + 0,6% C) es factible para su utilización en la producción en masa de piezas sinterizadas.
- La presencia de Mn, de alguna manera diferencia respecto a otros aceros sinterizados, puede ser importante para conseguir una sinterización homogénea y satisfactoria del compacto, además de para alcanzar propiedades más elevadas en comparación con materiales similares que carecen de este elemento.
- La combinación en la utilización de polvos de tamaño de partícula inferior a lo habitual, junto con la combinación de elementos de aleación y con altas temperaturas de sinterización han sido determinantes para la consecución de buenas propiedades mecánicas.

Además de estas conclusiones generales, también se pueden extraer **conclusiones particulares** que resultan de especial interés, como son:

- El proceso de CIP utilizado como etapa intermedia entre la deslubricación y la sinterización resulta una forma eficaz de eliminar la porosidad final, y por tanto mejorar la densidad, para materiales con elevada porosidad inicial en la que no exista una fase líquida intermedia durante el proceso de sinterización.
- No ha quedado claramente demostrada la influencia del pequeño tamaño de partícula en los resultados finales, siendo la influencia del sistema de aleación, aparentemente, más relevante.

6. Líneas futuras de trabajo

Tras lo visto en este estudio, las futuras líneas de investigación deben ir encaminadas, hacia tres grandes metas.

En primer lugar, debido a la importancia de la formación de una fase líquida transitoria para la comprensión de los resultados obtenidos en esta investigación, resulta fundamental esclarecer cuando y de qué manera se produce, por lo que se proponen estudios de dilatometría.

En segundo lugar, se deberá hacer mayor hincapié en la caracterización de los materiales más prometedores, en este caso la Mezcla 2. Para completar lo aquí observado se pueden llevar a cabo estudios de variación dimensional y caracterización de las propiedades dinámicas como resistencia a fatiga o ensayo Charpy.

Finalmente, debido a que este material ha demostrado ser altamente templable a bajos niveles de enfriamiento, otra posibilidad que aquí se sugiere es la de estudiar el efecto del ratio de enfriamiento sobre la microestructura. Identificando y cuantificando las distintas fase que se presenten así como evaluando las distintas propiedades comparables en este estudio.

7. Referencias

1. A. Upadhyaya, G.S. Upadhyaya. "Powder Metallurgy: Science, Technology and Materials". 2011. Universities Press.
2. A. Šalak, K. Vasilko, M. Selecka, H. Danninger. "New Short Time Face Turning Method for Testing the Machinability of PM Steels". Journal of Materials Processing Technology. 2006. vol. 176, pp: 62-69.
3. R. Slattery, P. King, F. Hanejko. "High Performance Applications of Chromium Steels Sintered at Conventional Temperatures". Presentado en PM Tec2005 Montreal, Canadá 19-23 junio 2005.
4. R. M. German. "Powder Metallurgy of Iron and Steel". 1998. John Wiley & Sons, Inc.
5. E. Robert-Perron, C. Blais, S. Pelletier, Y. Thomas. "Drilling of High Quality Features in Green Powder Metallurgy Components". Material Science and Engineering. 2007. vol. 458, pp: 195-201.
6. M. Campos, "Nuevos Aceros Sinterizados de Baja Aleación al Cr-Mo: Sinterabilidad, Comportamiento Mecánico y Tribológico, Tratamientos Térmicos y Termoquímicos". 2002. Tesis Doctoral por la UC3M.
7. D.R. Amador, "Obtención de Aceros Pulvimetalúrgicos de Baja Aleación mediante Polvos Aleados Mecánicamente: Optimización, Estudio y Comparación con la Vía Convencional" 2003. Tesis Doctoral por la UC3M.
8. A. Šalak. "Ferrous Powder Metallurgy". 1995. Cambridge International Science Publishing.
9. R.J. Causton, W.B. James, J.J. Fulmer. "Performance Characteristics of a new Sinter-Hardening Low-Alloy Steel". Presentado en Annual Powder Metallurgy Conference Chicago, Illinois, 9-12 junio 1991.
10. José Apraiz Barreiro. "Tratamientos Térmicos de los Aceros". 1974. Editorial Dossat.
11. H. Chen, Y.Y. Li, Y.B. Liu, X.J. Cao. "Influence of Chromium on Microstructure and Sintering Properties of FeNiMoCu System Prealloyed Powders". Journal of Materials Processing Technology. 2007. vol. 182, pp: 462-468.
12. W.B. James. "Ferrous Powders – How Alloying Methods Influence Sintering". Presentado en MPIF Sintering Seminar Pittsburgh, Pensilvania. Octubre 1991.
13. S. Kremel, H. Danninger, Y. Yu. "Effect of Sintered Conditions on Particle Contacts and Mechanical Properties of PM Steels Prepared from 3% Cr Prealloyed Powder". Powder Metallurgy Progress. 2002. vol. 2, pp: 211-221.
14. D.R. Amador, J.M. Torralba. "Study of PM Alloyed Steels with Ni-Cu Prealloyed Powders". Journal of Materials Processing Technology. 2003. vol. 143-144, pp: 781-785.
15. P. Lindskog. "Dimensional Accuracy, Microstructure and Mechanical Properties of Parts Made from Some High Strength Sintered Steels". Powder Metallurgy. 2004. vol. 47, pp: 6-9.
16. B. Lindsley. "Alloy Development of Sinter-Hardenable Compositions". Presentado en Euro PM2007 Toulouse, Francia. 15-18 Octubre 2007.
17. M. Campos, L. Blanco, J. Sicre-Artalejo, J.M. Torralba. "High Performance Low alloy Steels: Up Date". Revista de Metalurgia. 2008. vol. 44, pp: 5-12.
18. J. Lewenhagen. "Chromium Steel Powders for components". Materials Science Forum. 2003. vol. 416-418, pp: 241-246.

OBTENCIÓN DE ACEROS SINTERIZADOS DE BAJA ALEACIÓN A PARTIR DE PARTÍCULAS DE TAMAÑOS INFERIORES AL CONVENCIONAL

19. S. Tekeli, A. Güral. "Microstructural Characterisation of Intercritically Annealed 0,5% (wt) Ni and Mn Added Steels Prepared by Powder Metallurgy Method". Materials Science and Technology. 2007. vol. 23, pp: 72-78.
20. H. Danninger, R. Pötschacher, S. Bradac, A. Šalak, J. Seyrkammer. "Comparison of Mn, Cr and Mo Alloyed Sintered Steels Prepared from Elemental Powders". Powder Metallurgy. 2005. vol. 48, pp 23-32.
21. J.M. Torralba. "Powder Injection Moulding: Sintering Principles". Presentado en Special Interest Seminar on Powder Injection Moulding, World Congress on Powder Metallurgy PM'98, Granada, España. 18-22 Octubre 1998. Special Volume.
22. R.A. Andrievski. "Compaction and sintering of ultrafine powders". International Journal of Powder Metallurgy. 1994. vol. 30, pp: 59-66.
23. "Polvos de Hierro y Acero Höganäs para Componentes Sinterizados". Höganäs AB. 1998.
24. J. Hidalgo. "Desarrollos de Nuevos Sistemas Ligantes basados en Polisacáridos para PIM". 2010. Tesis de Máster por el Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales e Ingeniería Química de la UC3M.
25. "MIM Data Sheet", Sandvik Osprey Ltd.
26. MPIF 42. "Determination of Density of Compacted or Sintered Metal Powder Products".
27. MPIF 43. "Determination of Hardness of Powder Metallurgy Products".
28. American Society for Testing and Materials Test Method E8M-04 Standard. "Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials [Metric]".
29. J. Sicre-Artalejo, M. Campos, T. Marcu, J.M. Torralba, "Modification of Low Alloyed Steels by Manganese Additions". Materials Science Forum. 2007. vols. 534-536, pp: 697-700.
30. G. Straffelini, V. Fontanari, A. Molinari. "Comparison of Impact and Slow Bend Behavior of PM Ferrous Alloys". Materials Science and Engineering. 1998. vol. 248, pp: 153-160.
31. G. Straffelini, A. Molinari. "Evolution of Tensile Damage in Porous Iron". Materials Science and Engineering. 2002. vol. 334, pp: 96-103.